

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



К.В. Гоголинский

" 05 " марта 2016 г.

СПЕКТРОМЕТРЫ ЭМИССИОННЫЕ

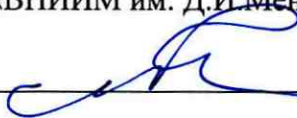
МФС-8 «СЛ»

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ


МП-242-1995-2016

ч.р. 24603-16

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»


Л.А. Конопелько

Ведущий инженер
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»


Т.М. Эннанова

Санкт-Петербург

2016

Настоящая методика распространяется на спектрометры эмиссионные МФС-8 «СЛ», изготавливаемые ЗАО «Спектральная лаборатория», Россия, г. Санкт-Петербург, и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки (в процессе эксплуатации). Интервал между поверками – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

№ п. /п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции	
			при первичной поверке	при периодиче- ской поверке
1.	Внешний осмотр	6.1	да	да
2.	Опробование	6.2	да	да
3.	Проверка соответствия ПО	6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	6.4	да	да

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2.

№ п/ п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1	6.4	Государственные стандартные образцы состава меди	ГСО 10216-2013
2	6.4	Государственные стандартные образцы состава сплавов алюминиевых литейных группы I	ГСО 9423-2009
3	4.1.	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (№ 3745-73 по Госреестру СИ РФ)
4	4.1.	Термогигрометр любого типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ	Диапазон измерений отн. Влажности от 10 до 100 %; абсл. Погрешность не более 3,0 %. Диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. Погрешность не более 0,5 °С

2.2. Допускается применение средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение характеристик поверяемого спектрометра эмиссионного МФС-8 «СЛ» с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО, - действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации спектрометра.

3.2. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие руководство по эксплуатации спектрометра (далее - РЭ) и методику поверки.

Для выполнения измерений при поверке допускается участие операторов или сервис-инженеров, обслуживающих спектрометр (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 15 до 25 °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность окружающего воздуха при температуре 25 °С от 20 до 80%;
- напряжение питания переменного тока (220⁺²²₋₃₃) В; (380⁺³⁸₋₅₇) В
- частота переменного тока (50±1) Гц;
- вибрация, тряска, механические воздействия должны отсутствовать;
- внешние электрические и магнитные поля должны отсутствовать, кроме земных;
- время установления рабочего режима 60 мин;

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.

5.1. Установку и подготовку прибора к поверке, включение соединительных устройств, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляют в соответствии с правилами эксплуатации, изложенными в руководстве по эксплуатации на спектрометр эмиссионный МФС-8 «СЛ» СЛ-30.67.059.005.15 и формуляре ФО 4434-017-34303137-15.

5.2. Перед проведением поверки спектрометр должен быть настроен на соответствующую аналитическую программу и отградуирован по стандартным образцам соответствующего аналитической программе типа металлов или сплавов в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра СЛ-30.67.059.005.15 и руководством пользователя ПО «Grad SL», версия 1.0.

5.3. Включить питание всех блоков спектрометра эмиссионного МФС-8 «СЛ» от сети переменного тока. Осуществить прогрев прибора в течение не менее 1 часа.

5.4. Подготовить стандартные образцы в соответствии с инструкцией по их применению и Руководством по эксплуатации спектрометра СЛ-30.67.059.005.15, либо в соответствии с аттестованной методикой анализа либо ГОСТом.

5.5. Допускается непосредственно перед поверкой произвести корректировку градуировки или выполнить оперативную градуировку в соответствии с методикой анализа.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.

6.1. Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено отсутствие внешних повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность спектрометра.

6.1.2. Должны быть установлены:

- а) исправность органов управления, настройки и коррекции;
- б) четкость надписей на панели спектрометра.

Прибор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование.

Опробование спектрометра заключается в его включении и загрузке программы для управления прибором.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на дисплее монитора после загрузки управляющей программы не появляется сообщений об ошибках.

6.3. Подтверждение соответствия ПО.

6.3.1. Определение наименования программного обеспечения и номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

6.3.1.1. После запуска программы “GradSL” в верхней строке главного меню написано идентификационное название программы. В проводнике операционной системы в папке, где находятся файлы ПО “GradSL” выбрать исполняемый файл GradSL.exe и с помощью контекстного меню открыть раздел "Свойства". Во вкладке «Общие» приведено идентификационное название ПО “GradSL”; во вкладке «Подробно» приведен номер версии ПО “GradSL”. В полном номере версии ПО к метрологически значимой части относятся первые две цифры номера версии. Следующие за ними цифры, относятся к не метрологически значимой части ПО и могут принимать любые значения. Полный номер версии ПО должен соответствовать указанному в формуляре на поверяемый прибор. Копия примера окна идентификации приведена на рисунке 1.

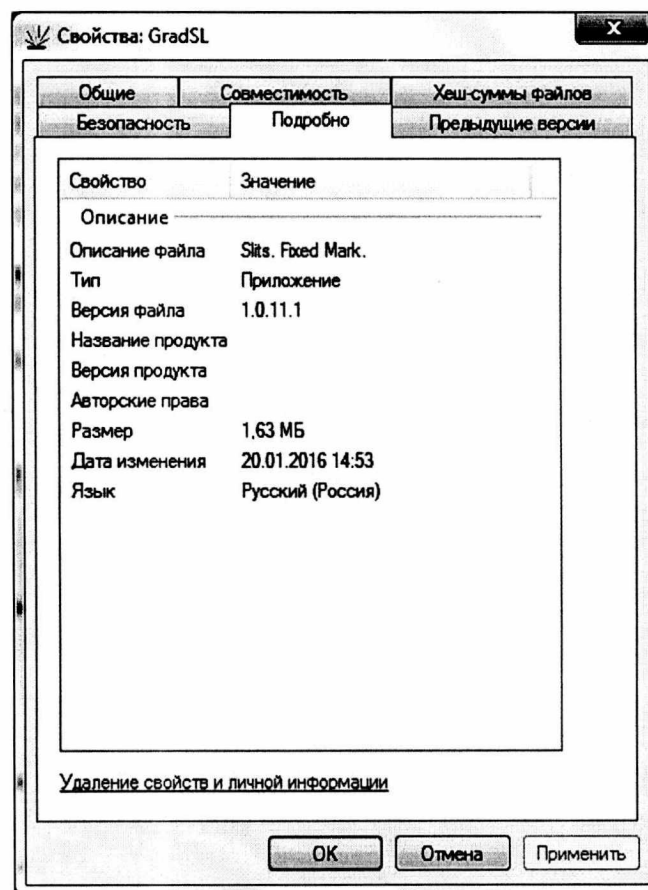


Рисунок 1. Окно с идентификационными данными ПО “GradSL”.

6.3.1.2. Спектрометр считается выдержавшим поверку по п. 6.3.1, если версия ПО “GradSL” не ниже 1.0 (версия ПО может иметь дополнительные цифровые суффиксы), а полная версия ПО совпадает с указанной в формуляре на поверяемый прибор.

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Проверка чувствительности – определение значений массовых долей элементов, при которых выходной сигнал спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей в два раза превышает фон (при анализе сплавов на основе меди).

Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы, указанные в п. 1 таблицы 2 настоящей МП либо аналогичные. Содержание железа, свинца и никеля в применяемых для проверки образцах не должно превышать 0,10 % мас. д.

Измерения относительных интенсивностей производить для аналитических линий железа (длина волны 259,9 нм), свинца (длина волны 283,3 нм), и никеля (341,4) нм относительно линии сравнения в режиме дуги переменного тока, межэлектродное расстояние (1,5±0,2) мм, время обжига (10±1) с, время экспозиции (20±1) с, ширина входной щели (20±1) мкм.

6.4.1.1. Подобрать напряжения питания ФЭУ по следующей методике:

Переключателями напряжения питания ФЭУ и проведением измерений в режиме «Фотоэлектрический контроль» подобрать такие напряжения питания ФЭУ, при которых результаты измерений по всем каналам окажутся в диапазоне от 10 до 10 000 ед. (с увеличением номера положения переключателя напряжение питания ФЭУ увеличивается).

6.4.1.2. В режиме «Регистрация стандартных образцов» произвести регистрацию относительных интенсивностей линий излучения стандартных образцов для каждого контролируемого элемента (железа, свинца и никеля). Регистрацию относительных интенсивностей выполнять два раза для каждого стандартного образца (два параллельных определения). За канал сравнения взять элемент основы и вычислить значения I_i (среднее арифметическое значение из 2-х результатов параллельных определений относительных интенсивностей аналитических линий для каждого стандартного образца).

6.4.1.3. Построить градуировочный график в координатах I, C для каждого элемента. Продолжить график до пересечения с осью «I» и определить значение I_ϕ как величину отрезка между началом координат и точкой пересечения графика с осью «I». Определить по градуировочному графику значение C_ϕ , соответствующее сигналу ($2 \times I_\phi$) в заданном масштабе массовых долей элементов.

Примечание: В соответствии с правилом подобия треугольников более простым способом определения C_ϕ является следующий: продолжить градуировочный график до пересечения с осью «C» и определить значение C_ϕ как величину отрезка между началом координат и точкой пересечения графика с осью «C» в заданном масштабе массовых долей элементов.

6.4.1.4. Спектрометр эмиссионный МФС-8 «СЛ» считается прошедшим поверку по п.6.4.1, если значения C_ϕ по абсолютному значению для каждого элемента не превышают значений, указанных в таблице 3:

Таблица 3.

Элемент	C_ϕ , %
железо	0,008
свинец	0,005
никель	0,005

6.4.2. Проверка относительного СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сплавов на основе алюминия.

Для проведения измерений по данному пункту применяют стандартные образцы, указанные в п. 2 таблицы 2 настоящей МП либо аналогичные. Выбрать стандартные образцы, содержание в которых (суммарно для выбранных образцов) не менее одного элемента находится в диапазоне массовых долей элементов от 0,001 % до 0,010 % и не менее двух элементов находятся в каждом из следующих диапазонов массовых долей элементов: свыше 0,010 % до 0,10 %; свыше 0,10 % до 0,50 % и свыше 0,50 % до 49,90 %.

6.4.2.1. Выполнить по 10 параллельных измерений выбранных стандартных образцов в режиме измерения относительных интенсивностей..

6.4.2.2. По результатам измерений в п. 6.4.2.1 определить относительное СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей по формуле

$$S_j = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_j^i - I_{\text{средн},j})^2}{(n-1)}}}{I_{\text{средн},j}} \times 100\% \quad (1)$$

где:

I_j^i – значение i -го измерения относительной интенсивности j -ой анализируемой аналитической линии, т.е. для j -ого элемента ;

$I_{\text{средн},j}$ – среднеарифметическое значение относительной интенсивности для j -ой анализируемой аналитической линии, т.е. для j -ого элемента, – по 10-ти параллельным определениям;

n – число измерений в серии (в данном случае $n = 10$);

Примечание: Значение S_j можно определить из распечатки результатов анализа, либо считать с экрана видеомонитора.

6.4.2.3. Спектрометр эмиссионный МФС-8 «СЛ» считается прошедшим поверку по п. 6.4.2, если значения относительных СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей, вычисленные в п.6.4.2.2, не превышают значений, указанных в таблице 4:

Таблица 4

в диапазоне массовых долей элементов	
- от 0,001 % до 0,010 %	10,0
- свыше 0,010 % до 0,10 %	7,5
- свыше 0,10 % до 0,50 %	6,0
- свыше 0,50 % до 49,90 %	3,0

Примечание: По согласованию с заказчиком поверку по п. 6.4 настоящей методики поверки «Определение метрологических характеристик» допускается проводить согласно МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации» в соответствии с разделами «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» аттестованных и стандартизированных государственными метрологическими органами методик измерений.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТА ПОВЕРКИ.

7.1. Результаты поверки считаются положительными, если спектрометр удовлетворяет требованиям настоящей методики поверки. При поверке заполняется протокол, форма которого приведена в приложении А.

7.2. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке по установленной форме.

7.3. Результаты поверки считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие прибора хотя бы одному требованию настоящей методики поверки.

7.4. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности с указанием причин непригодности.

Протокол поверки

спектрометра эмиссионного МФС-8 «СЛ», модификации _____, зав.№ _____

Принадлежит _____ ИНН _____

Поверка проведена по документу _____

С использованием стандартных образцов _____

Условия поверки:

температура окружающей среды _____ °С,

атмосферное давление _____ кПа,

относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты поверки.

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Проверка соответствия ПО _____

Результаты определения метрологических характеристик:

Таблица 1.

Метрологическая характеристика	Значение метрологической характеристики	
	Требования по НД	Фактическое значение МХ
Массовые доли элементов, при которых выходной сигнал спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей в два раза превышает фон (при анализе сплавов на основе меди), %	не более	
Относительное СКО выходного сигнала спектрометра в режиме измерения относительных интенсивностей при анализе сплавов на основе алюминия, % в диапазоне массовых долей элементов - от 0,001 % до 0,010 % - свыше 0,010 % до 0,10 % - свыше 0,10 % до 0,50 % - свыше 0,50 % до 49,90 %	не более	

При поверке согласно МИ 2531-99 результаты определения метрологических характеристик оформляются согласно таблице 2.

Таблица 2.

Метрологическая характеристика	Значение метрологической характеристики	
	Требования по НД	Фактическое значение МХ
МХ в соответствии с разделами «Контроль точности (погрешности, прецизионности, неопределенности)» или «Обработка результатов измерений» аттестованных и стандартизированных государственными метрологическими органами методик измерений	не более	

Поверитель _____ (подпись) _____ (И.О. Фамилия)